

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-150004

(43)Date of publication of application : 22.05.1992

(51)Int.Cl.

H01F 1/053

B22F 1/02

H01F 1/08

H01F 7/02

(21)Application number : 02-274820

(71)Applicant : KANEBO LTD

(22)Date of filing : 12.10.1990

(72)Inventor : KISHIDA YASUO
TOMITA HITOSHI
NISHIKAWA TETSUO

(54) PLASTIC MAGNET COMPOSITION

(57)Abstract:

PURPOSE: To enhance the magnetic characteristic of a plastic magnet and to enhance the molten fluidity at a molding operation by a method wherein a prescribed magnetic powder is filled into a thermoplastic resin.

CONSTITUTION: The surface of a Nd-Fe-B-based magnetic powder is coated with a metal by a dry plating method or an electroless plating method. Then, 90 to 95wt.% of the Nd-Fe-B-based magnetic powder coated with the metal is mixed with 5 to 10wt.% of a thermoplastic resin. In addition, in order to enhance physical properties and fluidity, the magnetic powder is surface-treated in advance with a coupling agent when it is mixed. When it is filled, a lubricant, a thermal stabilizer, a pigment or the like may be used. Thereby, it is possible to enhance the characteristic of a product such as a component or the like for a motor and a magnetic-field generation apparatus.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

⑫ 公開特許公報(A) 平4-150004

⑤ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 平成4年(1992)5月22日

H 01 F 1/053
B 22 F 1/02
H 01 F 1/08
7/02

E 7803-4K
A 7371-5E
Z 7135-5E
7371-5E

H 01 F 1/04

H

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全6頁)

④ 発明の名称 プラスチック磁石組成物

② 特 願 平2-274820

② 出 願 平2(1990)10月12日

⑫ 発 明 者 岸 田 靖 雄 山口県防府市鐘紡町5-2-9
⑫ 発 明 者 富 田 齊 山口県防府市鐘紡町6-8-206
⑫ 発 明 者 西 川 哲 生 山口県防府市鐘紡町6-7-107
⑪ 出 願 人 鐘 紡 株 式 会 社 東京都墨田区墨田5丁目17番4号

明 細 書

1. 発 明 の 名 称

プラスチック磁石組成物

2. 特 許 請 求 の 範 囲

Nd-Fe-B系磁性粉末90～95重量%と熱可塑性樹脂5～10重量%とからなるプラスチック磁石組成物であって、該Nd-Fe-B系磁性粉末の表面が、金属で被覆されていることを特徴とするプラスチック磁石組成物。

3. 発 明 の 詳 細 な 説 明

(産業上の利用分野)

本発明は、熱可塑性樹脂にNd-Fe-B系磁性粉末を高充填した射出成形用プラスチック磁石組成物に係り、更に詳しくは、優れた磁気特性と熱安定性を有し、モーターや磁場発生装置の部品などに好適なプラスチック磁石組成物に関するものである。

(従来の技術)

近年、モーターや磁場発生装置の部品として、焼結磁石に代って、12ナイロン樹脂を始めとす

るポリアミド系樹脂と強磁性粉末とを混合混練して得た成形用材料を、射出成形法により成形したプラスチック磁石が用いられることが多くなった。この射出成形法により得られたプラスチック磁石は、焼結磁石に比べ、成形加工性、寸法精度、機械的物性に優れており、また、押出や圧縮成形法により得られたプラスチック磁石に比べ、成形加工性が優れている。

従来、磁性粉末としては、フェライト系の磁性粉末が用いられてきたが、最近の磁性体の高性能化、小型・軽量化の要請から、当初のフェライト系に代ってSm-Co系のような極めて優れた磁気性能を発揮する希土類系の磁性粉末が使用されている。しかし、Smは、埋蔵量が特に少ないことと、精製分離に多大の費用を要することにより、安定供給に問題がある。この様な背景下、Sm-Co系に比べ、より高磁気性能を有し、かつ資源的にも豊富な同じ希土類系のNd-Fe-B系の磁性粉末が開発され、現在、これを混合したプラスチック磁石が市場を拡大している。

プラスチック磁石において、磁性粉末の充填率は、磁気性能に大きく影響を与え、充填率が高ければ磁気性能も高くなる。しかし、充填率を上げれば、成形用材料の熔融流動性が不良となるため、射出成形加工が困難となる。

また、 $\text{Sm}-\text{Co}$ 系や $\text{Nd}-\text{Fe}-\text{B}$ 系の希土類元素を含む磁性粉末は高価なため、射出成形時に生ずるスプルーやランナーを再使用するが多い。再使用の方法は、一般に、粉碎したスプルーやランナーを適当な割合で新しい樹脂に混合して成形し、また、この時に生じたスプルーやランナーを再粉碎して、再び成形に供する。しかしながら、 $\text{Nd}-\text{Fe}-\text{B}$ 系磁性粉末を90重量%以上に高充填した成形用材料は、加熱熔融によって増粘し、再使用を繰返すことにより、熔融流動性が低下し、射出成形が困難となる問題点があった。

(発明が解決しようとする課題)

本発明者らは、かかる従来技術の有する欠点を改良すべく鋭意研究した結果、 $\text{Nd}-\text{Fe}-\text{B}$ 系磁性粉末の表面を金属層で被覆したものを、熱可

塑性樹脂に配合すれば、前述の問題が解決することを見出し、本発明を達成するに至った。

すなわち、本発明の目的とするところは、熔融時の熱安定性が良好で、磁気特性に優れ、経時の熔融流動性も良好なプラスチック磁石組成物を提供することにある。

(課題を解決するための手段)

上記の目的は、 $\text{Nd}-\text{Fe}-\text{B}$ 系磁性粉末90～95重量%と熱可塑性樹脂5～10重量%とからなるプラスチック磁石組成物であって、該 $\text{Nd}-\text{Fe}-\text{B}$ 系磁性粉末の表面が、金属で被覆されていることを特徴とするプラスチック磁石組成物によって達成される。

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明に使用する $\text{Nd}-\text{Fe}-\text{B}$ 系磁性粉末は、ネオジム・鉄・ホウ素の溶融合金から超急冷凝固法で作られたものが挙げられ、通常、当業界において、一般に射出成形用プラスチック磁石に使用されるものでよい。かかる $\text{Nd}-\text{Fe}-\text{B}$ 系磁性粉末としては、米国GM社が製造している“MQ

パウダー”が好ましい。

更に、本発明に使用する $\text{Nd}-\text{Fe}-\text{B}$ 系磁性粉末は、その表面が金属で被覆されていることが肝要である。磁性粉末の表面を金属で被覆する方法は、乾式めっき法、もしくは無電解めっき法が好適である。

乾式めっき法としては、真空蒸着法、スパッタリング法、イオンプレーティング法、熔融めっき法、ガス溶射法、プラズマ溶射法、化学気相めっき法などが挙げられ、これらの中で、特に、スパッタリング法及びイオンプレーティング法が好ましい。また、乾式めっき法によって $\text{Nd}-\text{Fe}-\text{B}$ 系磁性粉末の表面を被覆する金属は、乾式めっきが可能なのであればよいが、アルミニウム、ニッケル、鉄、コバルト及びタングステンが好ましく、また、これらの酸化物、炭化物、窒化物も好適である。

また、無電解めっき法は、一般にプラスチックなどの絶縁体に対して行われている方法を用いればよい。例えば、 $\text{Nd}-\text{Fe}-\text{B}$ 系磁性粉末の表

面を、界面活性剤、硫酸などで十分に脱脂・洗浄、エッチングした後、塩化パラジウム/塩化第1すず/塩酸の混液で活性化し、更に、硫酸で処理した後、銅めっき液やニッケルめっき液などでめっきする。特に、無電解めっき法によって、磁性粉末の表面を被覆する金属は、ニッケルが好適である。

尚、この無電解めっき工程を通じて、磁性粉末の酸化による磁気特性の低下を抑制することが望ましい。磁性粉末の酸化の防止には、例えば、無電解めっき工程で用いる種々の溶液中に窒素ガスやアルゴンガスなどの不活性ガスを吹込んで溶存酸素を除去したり、更にめっき工程を不活性ガス雰囲気中で行なったりすることが効果的である。上記の方法により、 $\text{Nd}-\text{Fe}-\text{B}$ 系磁性粉末の表面に被覆された金属の厚さは、 $1\mu\text{m}$ 以上とすることが望ましい。 $1\mu\text{m}$ 未満であると、強度が不十分で、熱可塑性樹脂との混合時に剥離し易く、本発明の目的を達成しにくい。

この本発明に使用する金属が被覆された $\text{Nd}-$

Fe-B系磁性粉末の配合量は、95重量%である。Nd-Fe-B系磁性粉末の配合量が90重量%未満の場合、磁気性能が不十分である。一方、95重量%を超える場合は、熔融時の流動性が不十分となり、射出成形が困難となる。

また、本発明に使用する熱可塑性樹脂としては、ポリアミド、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリエーテルサルフォン、ポリオレフィン、ポリフェニレンオキサイド、ポリフェニレンサルファイド、ポリエーテルケトン、AS樹脂、AN樹脂、ABS樹脂等を挙げることができる。これらの中で、ポリアミドの12ナイロン、ポリエステルのポリブチレンテレフタレート及びポリフェニレンサルファイドが特に好ましい。

本発明のプラスチック磁石組成物は、最終成形品までの任意の段階で十分に混練、分散されていればよい。このための方法としては、例えば、粉末状の12ナイロン樹脂と表面が金属で被覆されたNd-Fe-B系磁性粉末をブレミックスした後、単軸或は多軸混練押出機を用いて熔融混練す

る方法等が挙げられる。

また、本発明にかゝるめっき処理を施したNd-Fe-B系磁性粉末は、熱可塑性樹脂に配合するに際し、物性及び流動性を更に向上させるため、予めカップリング剤で表面処理しておくことが好適である。カップリング剤は通常、フィラー充填樹脂の物性及び流動性向上の目的でフィラー表面処理に用いられているものを使用すればよく、例えば、シラン系カップリング剤やチタネート系カップリング剤が好ましい。また、カップリング剤の配合量は、通常、Nd-Fe-B系磁性粉末100重量部に対して、0.5～3重量部が好ましい。

更に、本発明では、物性及び流動性などを更に向上する目的で、滑剤、熱安定剤、顔料などを使用してもよい。

(発明の効果)

以上のように、本発明のプラスチック磁石組成物は、Nd-Fe-B系磁性粉末の表面が金属で被覆されたものを用いることにより、磁気特性と熔融時の熱安定性に優れ、経時の熔融流動性も良

好な、モーターや磁場発生装置の部品などに好適な材料である。

以下、実施例を挙げて本発明を具体的に説明する。

尚、実施例に示す熔融流動性の測定は、以下の方法で行なった。

測定機：島津フローテストCFT-500形

測定条件

温度：290℃

滞留時間：5分、15分、60分

ノズル：1φ×10L

押出圧力：160kg/cm²

(実施例1.2.比較例1.2)

Nd-Fe-B系磁性粉末(GM社製、MQパウダー)を塩化メチレンで洗浄、乾燥した。次いで、この磁性粉末をスパッタリング装置内に入れ、アルゴンガスを導入し、 3×10^{-3} Torrの真空度とした。ニッケル陰極とアルミニウム陽極間に3000Vの電圧を印加し、陰極電流密度3mA/dm²で30分間のスパッタリング処理を

し、磁性粉末表面に厚さ1μmのニッケルメッキを施した。

この磁性粉末と12ナイロン樹脂(ダイセルヒュルス社製、L-1640)を表-1に示す割合で配合して25mm径の単軸混練機を用いて熔融混練してペレット化し、熔融流動性及び磁気特性の測定に供した。その結果を表-1に示す。尚、比較例2の組成物は、熔融流動性不十分で混練不可であった。

(以 白)

(実施例 3.4)

実施例 1 のニッケルめっきを施した Nd-Fe-B 系磁性粉末に対し、チタネート系カップリング剤 (味の素社製、KR-TTS) を 1 重量% 添加して常法でカップリング処理した後、表-2 に示す割合でポリブチレンテレフタレート樹脂 (鐘紡製、PBT719) と混合し、30mm 径の 2 軸混練機を用いて熔融混練してペレット化し、熔融流動性及び磁気特性を測定した。その結果を表-2 に示す。

(以 白)

表-1

	組 成 (重量%)		熔融流動値 (poise)			磁気特性 BH _{max} (MGOe)
			滞 留 時 間 (分)			
	Nd-Fe-B系磁性粉末	1,2-ナフソ樹脂	5	15	60	
比較例1	80	20	130	100	80	3.9
実施例1	92	8	520	740	1800	6.1
実施例2	94	6	1200	1500	3300	7.2
比較例2	96	4	—	—	—	—

表-2

	組 成 (重量%)		熔融流動値 (poise)			磁気特性 BH... (MGoe)
			滞 留 時 間 (分)			
	Nd-Fe -B系磁性 粉末	ポリブチレ ンテレフタ レート樹脂	5	15	60	
実施例 3	92	8	1270	1000	700	6.2
実施例 4	94	6	3500	2200	1050	7.3

(実施例 5.6. 比較例 3.4)

Nd-Fe-B 系磁性粉末 (GM 社製、MQ パウダー) に以下の工程で無電解めっき処理を施した。

1. 脱脂・洗浄

ホウ酸ソーダ 20 g / ℓ、リン酸ソーダ 20 g / ℓ 及びドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム 2 g / ℓ の水溶液中で 40℃ で 3 分間浸漬。攪拌後、水洗した。

2. エッチング

硫酸 80 g / ℓ 水溶液中、室温で 30 秒間浸漬した。

3. 活性化 I

塩化パラジウム 0.2 g / ℓ、塩化第 1 すず 5 g / ℓ、塩酸 50 ml / ℓ の水溶液中、室温で 1 分間浸漬した。

4. 活性化 II

硫酸 100 g / ℓ 水溶液中、40℃ で 1 分間浸漬した。

5. 無電解ニッケルめっき

硫酸ニッケル 30 g / l、次亜リン酸ソーダ 20 g / l、クエン酸アンモニウム 50 g / l 水溶液中、30℃で10分間浸漬した。

次いで、12ナイロン樹脂（ダイセルヒュルス社製、L-1640）とこの磁性粉末を表-3に示す割合で配合し、25mm径の単軸押出機を用いて熔融混練してペレット化し、熔融流動性と磁気特性の測定に供した。その結果を表-3に示す。尚、比較例4の組成物は、熔融流動性が不十分で熔融混練が不可であった。

(以 下 略)

表-3

	組 成 (重量%)		熔融流動値 (poise)				磁気特性 BH... (MGOe)
			滞 留 時 間 (分)				
			5	15	60		
比較例3	Nd-Fe-B系磁性粉末	80	20	120	100	70	3.7
実施例5		92	8	460	610	1420	5.6
実施例6		94	6	730	880	3020	6.3
比較例4		96	4	—	—	—	—

(実施例 7.8)

実施例5の無電解めっき処理に於いて、各工程で使用する水溶液中に窒素ガスを吹き込みながら処理する以外は、全て実施例1と同じ条件でNd-Fe-B系磁性粉末に無電解めっき処理を施した。

次いで、この磁性粉末に対し、チタネート系カップリング剤（味の素社製、KR-TTS）を1重量%均一配合した後、表-4に示す割合で12ナイロン樹脂（ダイセルヒュルス社製、L-1640）と混合し、30mm径の2軸異方向回転混練押出機を用いて熔融混練してペレット化し、熔融流動性及び磁気特性を測定した。その結果を表-4に示す。

(以 下 略)

表-4

	組 成 (重量%)		溶 融 流 動 値 (poise)			磁 気 特 性 BH _{max} (MGOe)
			滞 留 時 間 (分)			
	Nd-Fe-B系磁性粉末	12ナイロン樹脂	5	15	60	
実施例7			92	8	300	350
実施例8	94	6	480	500	700	7.2

(比較例 5.6)

Nd-Fe-B系磁性粉末をそのまま用い、その他は、実施例1と同様にして配合し、ペレット化後、熔融流動性及び磁気特性を測定した。その結果を表-5に示す。

(以て白)

表-5

	組 成 (重量%)		溶 融 流 動 値 (poise)			磁 気 特 性 BH _{max} (MGoe)	
			滞 留 時 間 (分)				
	Nd - Fe - B 系 磁 性 粉 末	1 2 サ イ ロ ン 脂 肪		5	1 5		6 0
比較例 5		9 2	8	1 4 0 0	ゲル化	5. 4	
比較例 6		9 4	6	3 2 0 0	ゲル化	6. 9	

以上の結果より、実施例のプラスチック磁石組成物は、経時の熔融流動性が良好で、磁気特性に優れていた。一方、比較例1～4の組成物は、磁気特性が悪かったり、熔融時の流動性が不十分であったりし、また、比較例5.6の組成物は、滞留10分間でゲル化し、流動値の測定が不可能であった。

出願人 綿紡株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.